

07;08;11;12

## О возможности детектирования приповерхностных технологических напряжений в керамике методом фотоакустической микроскопии

© А.Л. Глазов, К.Л. Муратиков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: klm.holo@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 4 июня 2008 г.)

Экспериментально исследовано влияние приповерхностных технологических напряжений на фотоакустические изображения мест индентации по Виккерсу в керамике нитрида кремния. Продемонстрировано влияние напряжений, вводимых в керамику в процессе шлифовки и полировки ее поверхностей, на поведение фотоакустических сигналов вблизи концов приповерхностных трещин. Показано, что данные фотоакустической микроскопии, полученные вблизи концов трещин в керамике, индентированных по Виккерсу, позволяют оценить величину присутствующих в них технологических напряжений.

PACS: 81.65.Ps, 81.70.Cv, 81.05.Mh

Практически все известные способы обработки материалов приводят к созданию в них внутренних напряжений [1–3]. В большинстве случаев их наличие оказывает наиболее существенное влияние на свойства приповерхностных слоев материалов. Серьезное внимание уделяется, в частности, развитию методов контроля приповерхностных напряжений, образующихся в различных материалах в процессе шлифования и полировки их поверхностей [4,5]. Одно из возможных направлений решения задач подобного рода основано на использовании методов индентирования [6,7]. При подобном подходе оценка внутренних напряжений обычно производится на основании измерения каких-либо геометрических параметров зоны индентации (рельефа поверхности, размера отпечатка и т.п.).

Методы фотоакустической (ФА) микроскопии основаны на измерении других характеристик объекта, связанных с параметрами акустических колебаний объекта при локальном воздействии на его поверхность нестационарного лазерного излучения [8]. Подобными возможностями обладает и интерферометрический метод регистрации акустических колебаний в напряженных образцах [9]. Ранее была продемонстрирована чувствительность методов ФА-микроскопии к внутренним напряжениям в керамике [10–12]. Однако в этих работах не уделялось специального внимания изучению влияния приповерхностных напряжений, обусловленных шлифованием и полировкой поверхностей керамики, на характеристики ФА-сигналов. Поскольку методы ФА-микроскопии особенно чувствительны к приповерхностным свойствам материалов, представляет интерес изучение возможности детектирования этими методами технологических напряжений такого типа.

В рамках настоящей работы исследовалась возможность использования ФА-микроскопии в сочетании с методом индентирования по Виккерсу для решения задач подобного рода в керамике. Исследования были выполнены на примере керамики нитрида кремния с

приповерхностными технологическими напряжениями, вводимыми в нее в процессе шлифования и полировки ее поверхностей. Известно, что процессы шлифования и полировки приводят к появлению значительных внутренних напряжений в приповерхностных слоях керамики [13,14]. В связи с этим разработка методик их измерения является важной самостоятельной задачей [15]. При традиционном подходе шлифовка и полировка поверхностей объектов производится в автоматизированных режимах с использованием сложных круговых движений. В результате распределение внутренних напряжений вдоль поверхности образцов может обладать некоторой неоднородностью, а их точное диагностирование по всей поверхности образцов представляет достаточно сложную задачу.

В настоящей работе с целью создания внутренних напряжений с заведомо однородным характером распределения по всей поверхности образца и для более четкого выяснения их роли при формировании ФА-сигналов подготовка образцов осуществлялась по специальной технологии. Она заключалась в подготовке двух групп образцов из керамики нитрида кремния (Norton Ceramics 132), шлифовка и полировка которых осуществлялась вручную. Каждая из указанных групп образцов вырезалась из одного куска керамики, поэтому изначально их механические свойства были идентичными. Образцы имели размеры  $5 \times 4.1 \times 1.6$  mm. Полировка и шлифовка определенной грани образцов осуществлялись движениями в строго фиксированном направлении. Для первой группы образцов это направление выбиралось вдоль образца, а для второй — поперек. В результате в каждом из образцов создавались технологические напряжения в явно анизотропным, но однородным вдоль поверхности, характером распределения. При указанном способе шлифовки и полировки для образцов из двух разных групп направления действия этих напряжений должны отличаться на 90 градусов.

Шлифование осуществлялось в водной среде порошком на основе карбида кремния со средним размером

зерна около  $10\ \mu\text{m}$ . После шлифовки образцы промывались в дистиллированной воде и полировались (движениями в том же направлении) алмазной пастой со средним размером зерна  $1\ \mu\text{m}$  до придания их поверхности оптического качества. Следует отметить, что если шлифование образцов осуществлялось в течение одного и того же времени, то для обеспечения оптического качества их поверхностей требовалось различное время. В связи с этим введенные в образцы технологические напряжения могли несколько отличаться по величине.

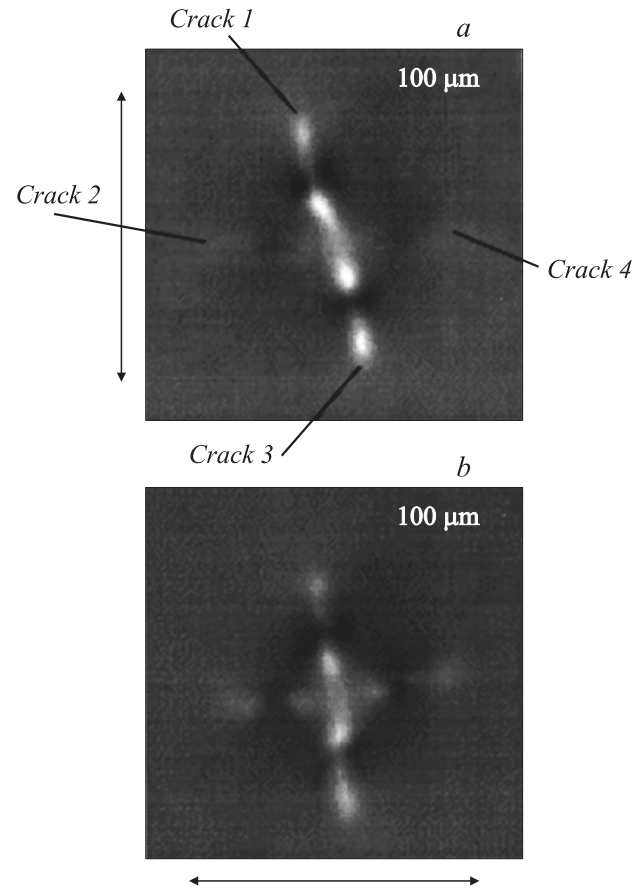
После полировки производилось индентирование образцов по Виккерсу с нагрузкой 49 N. Специальное внимание уделялось тому, чтобы ориентация мест индентации относительно образцов была одной и той же для образцов обеих групп. После этого осуществлялось снятие ФА-изображений мест индентации по методике, описанной ранее в работах [16,17]. При этом оптическое качество полировки поверхности обеспечивало однородность оптических свойств поверхности керамики и предотвращало возможное влияние оптических неоднородностей поверхностей образцов на ФА-сигналы от них.

На рис. 1 представлены примеры ФА-изображений мест индентации по Виккерсу для образцов из керамики нитрида кремния с различными направлениями полировки и шлифовки, но с одинаковой ориентацией отпечатков относительно образцов. Направление шлифования и полировки для них на рис. 1 указано стрелкой. Важно отметить, что для образца на рис. 1, *a* направление трещин 1 и 3 почти совпадает с направлением шлифования, а для образца на рис. 1, *b* направление шлифования близко к направлению трещин 2 и 4.

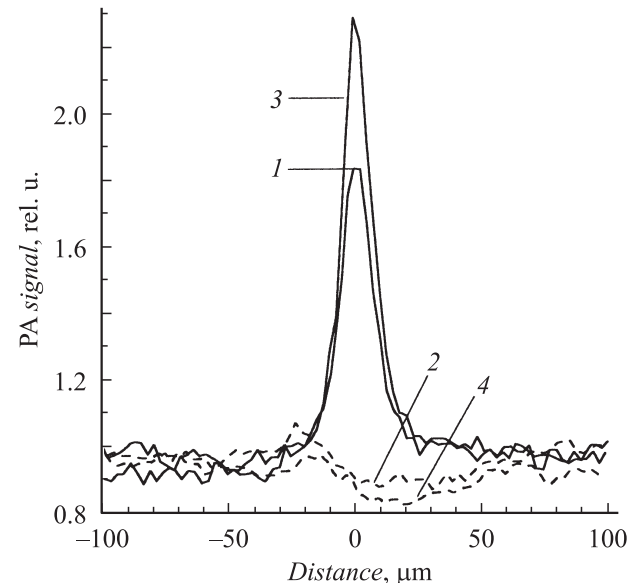
Из рис. 1 видны различия на двух полученных ФА-изображениях: на рис. 1, *a* амплитуда ФА-сигнала вблизи концов радиальных трещин 1 и 3 существенно больше, чем амплитуда ФА-сигнала для концов аналогичных трещин на рис. 1, *b* (светлые области на рисунках соответствуют увеличению амплитуды ФА-сигнала). Поскольку рассматриваемые образцы отличались только условиями шлифования и полировки, то естественно связать указанные различия с чувствительностью ФА-метода к приповерхностным технологическим напряжениям, возникшим в процессе их подготовки к эксперименту.

ФА-изображения, представленные на рис. 1, позволяют оценить значение введенных в керамику приповерхностных напряжений. Для этого достаточно проанализировать характер поведения ФА-сигналов, например, вблизи концов трещин 1, 3 и 2, 4.

На рис. 2 в одном масштабе представлено поведение ФА-сигналов вблизи концов этих трещин для образца из первой группы, ФА-изображение которого показано на рис. 1, *a*, откуда видно, что максимальные значения ФА-сигналов вблизи концов трещин 1, 3 существенно превосходят соответствующие значения для трещин 2 и 4. Кроме того, видно, что значения ФА-сигналов вблизи концов трещин 2, 4 практически находятся на уровне их средних значений для керамики. Эти обстоятельства



**Рис. 1.** Фотоакустические пьезоэлектрические изображения мест индентации в керамике нитрида кремния при различных ориентациях направления шлифования. Частота модуляции 142 kHz.



**Рис. 2.** Поведение ФА пьезоэлектрического сигнала вблизи концов трещин для ФА-изображения на рис. 1, *a*.

означают, что вблизи концов трещин 2, 4 происходит достаточно эффективная компенсация технологических напряжений и напряжений, созданных вблизи концов трещин при индентировании. Вместе с тем из рис. 1, *b* видно, что для трещин 1, 3 образцов второго типа не происходило полной компенсации напряжений вблизи концов этих трещин. Имеющееся различие в поведении ФА-сигналов вблизи трещин 2, 4 для первого образца и трещин 1, 3 — для второго могло быть связано с несколько разным временем их полировки, требовавшимся для достижения оптического качества поверхностей.

Факт компенсации напряжений для трещин 2, 4 образцов первой группы, следующий из их ФА-изображений, позволяет оценить величину введенных технологических напряжений в процессе шлифовки и полировки. Для этого достаточно использовать выражения для коэффициентов интенсивности напряжений, характеризующих индентирование и действие на трещину внутренних напряжений. В соответствии с известными результатами [18] они определяются выражениями

$$K_1^{(0)} = \psi \sigma L^{1/2}, \quad K_1^{(0)} = \chi \frac{P}{L^{3/2}}, \quad (1)$$

где  $\psi$  и  $\chi$  — безразмерные коэффициенты, определяемые формой трещины,  $\sigma$  — напряжение, действующее на трещину,  $L$  — нагрузка при индентировании образца по Виккерсу.

Использование выражений (1) позволяет оценить величину напряжений, вводимых в образец вдоль направления шлифования. Для этого достаточно использовать факт компенсации напряжений вблизи концов трещин 2 и 4 для образцов первой группы в направлении, перпендикулярном этим трещинам. Тогда с помощью (1) и на основании факта компенсации напряжений для трещин 2 и 4 для технологических напряжений  $\sigma_0$ , введенных в керамику вдоль направления шлифования, получим следующий результат:

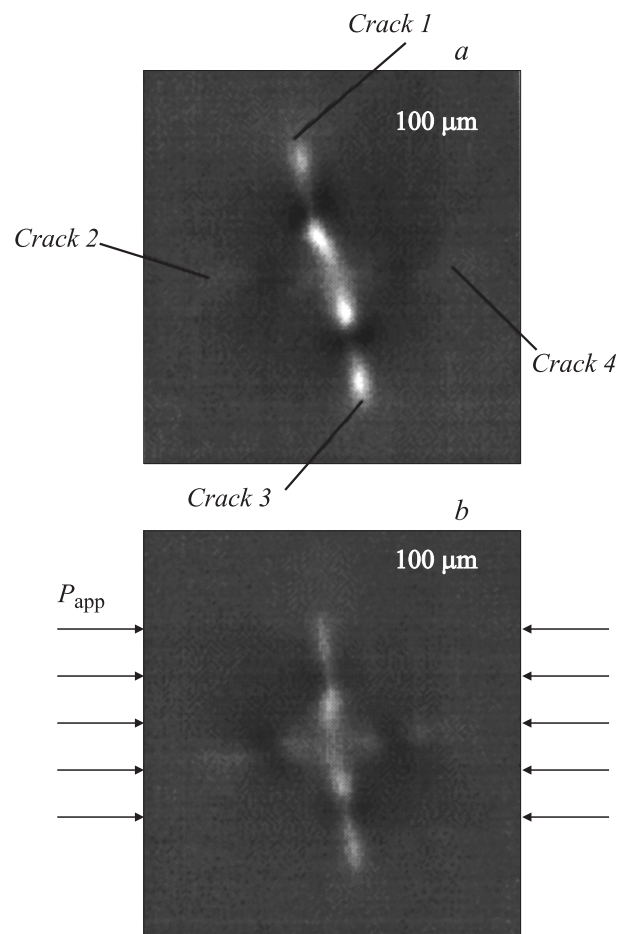
$$\sigma_0 = -\frac{\chi}{\psi} \frac{P}{L^2}. \quad (2)$$

Для параметров  $\psi$  и  $\chi$  в достаточно широком диапазоне нагрузок индентации можно использовать значения  $\psi = 1.29$  и  $\chi = 0.029$  [18]. По данным оптической микроскопии длина трещин для исследованных отпечатков приблизительно имела значение  $L = 110-120 \mu\text{m}$ . Тогда в соответствии с равенством (2) технологические напряжения вдоль направления шлифования и полировки в нашем случае имели значение  $\sigma_0 \approx -100 \text{ МПа}$ . Этот результат достаточно хорошо согласуется с данными работы [14], в которой было установлено появление в керамике нитрида кремния приповерхностных сжимающих напряжений в направлении шлифования.

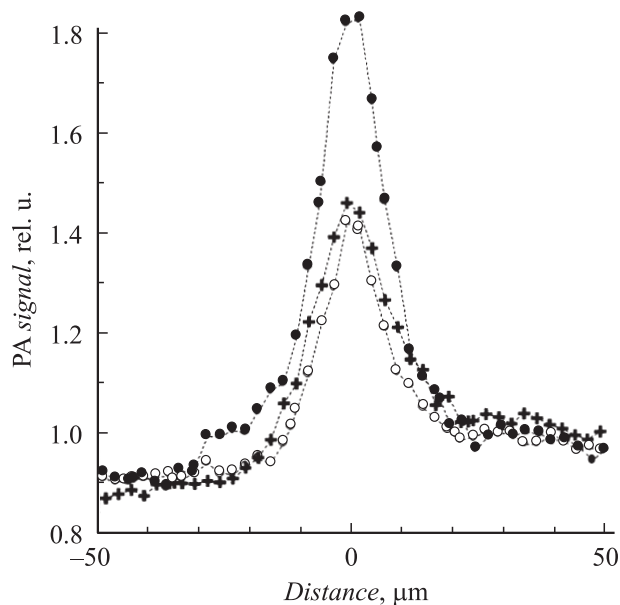
Представленный способ оценки технологических напряжений с помощью ФА-метода требует измерения длины трещин. Вместе с тем наряду с описанным способом оценки технологических напряжений по данным

ФА-микроскопии возможен и другой подход, не использующий информацию о длине трещин. Он основан на использовании ФА-измерений на образцах, подвергнутых воздействию заданной внешней нагрузки. В этом случае помимо регистрации ФА-сигналов для образцов из обеих групп в исходном состоянии дополнительно необходимо провести эксперименты по изучению влияния внешних напряжений на ФА пьезоэлектрические изображения приготовленных образцов с помощью методики, предложенной ранее [16,17].

Результаты экспериментов подобного рода для образцов керамики нитрида кремния показаны на рис. 3. На рис. 3, *a* показано исходное ФА-изображение образца из первой группы, а на рис. 3, *b* его же изображение при действии внешнего сжимающего напряжения 95 МПа. Из представленных ФА-изображений видно, что под действием внешних напряжений происходит их заметная модификация. В частности, имеет место существенное уменьшение величины ФА-сигналов вблизи концов трещин 1 и 3. В соответствии с геометрией эксперимента оно обусловлено частичной компенсацией растягива-



**Рис. 3.** Фотоакустическое пьезоэлектрическое изображение зоны индентации, представленной на рис. 1, *a*; *a* — без нагрузки, *b* — при действии сжимающей нагрузки 95 МПа. Частота модуляции 142 кГц.



**Рис. 4.** Поведение ФА пьезоэлектрического сигнала вблизи концов трещины  $I$  в поперечном к ней направлении для двух образцов с различными направлениями шлифования. ● — соответствует образцу на рис. 1, *a* при отсутствии внешнего напряжения, ○ — при действии внешнего сжимающего напряжения 95 МПа, + — соответствует образцу на рис. 1, *b* при отсутствии внешнего напряжения. Частота модуляции 142 кГц.

ющих напряжений вблизи концов этих трещин под действием внешних сжимающих напряжений.

Для проведения количественных оценок величины технологических напряжений, введенных в керамику при шлифовании и полировке, достаточно более детально рассмотреть поведение ФА-сигнала, например, вблизи концов трещин  $I$  для образцов обоих типов, а также проанализировать характер его изменения под действием заданной внешней нагрузки для образца одной из групп.

Результаты подобных измерений ФА-сигнала в этом направлении при действии внешней сжимающей нагрузки для трещины  $I$  на образце из первой группы. Сравнение амплитуд ФА-сигналов для этих трещин в начальном состоянии и при действии внешней нагрузки позволяет оценить величину технологических напряжений, созданных в керамике нитрида кремния в процессе шлифовки и полировки.

Для оценки этих напряжений необходимо сделать предположение о том, что справедлива линейная зависимость величины ФА-сигнала от напряжения для образцов обоих типов в диапазоне выполненных ФА-измерений. Тогда можно воспользоваться результатами теоретической модели образования ФА-сигнала [17], связывающей его поведение с напряжениями вблизи концов трещин. При этом также следует учесть, что при выбранной геометрии расположения трещин и направления шлифования вклад в ФА-сигналы будут давать только нормальные по отношению к трещине компоненты технологических напряжений. В соответствии

с рис. 4 сжимающее внешнее напряжение приводит к уменьшению ФА-сигнала вблизи конца трещины  $I$ . Из рис. 4 следует, что внешнее сжимающее напряжение 95 МПа фактически переводит распределение ФА-сигнала вблизи трещины  $I$  на рис. 1, *a* в распределение около аналогичной трещины на рис. 1, *b*. При этом видно, что указанное внешнее напряжение приводит даже к несколько меньшему значению напряжений вблизи конца этой трещины по сравнению с трещиной  $I$  на рис. 1, *b*. Тогда в соответствии с полученным экспериментальным результатом и предложенной моделью формирования ФА-сигналов следует считать, что вблизи конца трещины 2 (рис. 1, *b*) присутствует дополнительное сжимающее напряжение. Его величину в соответствии с приведенными экспериментальными данными можно оценить примерно в 80 МПа. Это напряжение для образца на рис. 1, *b* также действует вдоль направления шлифования. Определенное таким образом значение напряжения находится в достаточно хорошем соответствии с результатом, полученным первым способом и приблизительно равным 10 МПа.

Следует отметить, что приведенные значения технологических напряжений при шлифовании для керамики нитрида кремния оказываются в достаточно хорошем количественном соответствии с результатами, полученными в работе [14] для приповерхностных слоев в этой керамике.

Таким образом, полученные в ходе выполненных исследований на керамике нитрида кремния результаты демонстрируют чувствительность метода ФА-микроскопии к технологическим напряжениям в керамике, обусловленным шлифовкой и полировкой их поверхностей, и показывают возможность использования этого метода для оценки их величины. При этом использование ФА-метода для оценки технологических напряжений в керамике может иметь специальный интерес, так как в соответствии с результатами работы [14] рентгеновский метод не позволял оценивать напряжения шлифования в керамике нитрида кремния. Их оценка производилась по изменению кривизны поверхности образцов при шлифовании, что требовало использования специальной технологии их подготовки.

В заключение авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку данной работы в рамках проекта № 06-02-17148.

## Список литературы

- [1] Биргер И.А. Остаточные напряжения. М.: Машиностроение, 1963. 252 с.
- [2] Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М., Пономарев И.И. Остаточные напряжения в деформируемых твердых телах. М.: Наука, 1996. 240 с.
- [3] Технологические остаточные напряжения / Под ред. А.В. Поздея. М.: Машиностроение, 1973. 216 с.
- [4] Yamashita O., Ikeda T. // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. N 4. P. 1743–1748.

- [5] *Moorthy V., Shaw B.A., Mountford P., Hopkins P.* // *Acta Mater.* 2005. Vol. 53. P. 4997–5006.
- [6] *Carlsson S., Larsson P.L.* // *Acta Materialia.* 2001. Vol. 49. P. 2179–2191.
- [7] *Suterio R., Albertazzi A., Amaral F.K.* // *J. Strain Analysis.* 2006. Vol. 41. N 7. P. 517–524.
- [8] *Tam A.C.* // *Rev. Mod. Phys.* 1986. Vol. 58. N 2. P. 381–431.
- [9] *Шнейзман В.В., Песчанская Н.Н.* // *ФТТ.* 2007. Т. 49. Вып. 7. С. 1201–1205.
- [10] *Burbelo R.M., Gulyaev A.L., Robur L.I., Zhabitenko M.K., Atamanenko B.A., Kryl Ya.A.* // *J. de Phys.* 4. 1994. Vol. C7. P. 311–314.
- [11] *Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е., Квай Г.Х.* // *Письма в ЖТФ.* 1997. Т. 23. Вып. 5. С. 44–52.
- [12] *Maratikov K.L., Glazov A.L., Rose D.N., Dumar J.E.* // *J. Appl. Phys.* 2000. Vol. 88. N 5. P. 2948–2955.
- [13] *Kirchner H.P., Isaacson E.D.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1982. Vol. 65. N 1. P. 55–60.
- [14] *Johnson-Walls D., Evans A.G., Marshall S.B., James M.R.* // *J. Am. Ceram. Soc.* 1986. Vol. 69. N 1. P. 44–47.
- [15] *Den Toonder J.M.J., Rademaker C.W., Hu C.L.* // *Transact. ASME.* 2003. Vol. 125. P. 506–511.
- [16] *Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е.* // *Письма в ЖТФ.* 2002. Т. 28. Вып. 9. С. 48–57.
- [17] *Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Роуз Д.Н., Думар Д.Е.* // *ЖТФ.* 2003. Т. 73. Вып. 8. С. 90–97.
- [18] *Smith S.M., Scattergood R.O.* // *J. Am. Soc. Ceram.* 1992. Vol. 75. N 2. P. 305–315.